

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-163823

(43)公開日 平成7年(1995)6月27日

(51)Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 0 1 D 39/20	D			
46/00	3 0 2	7446-4D		

審査請求 未請求 請求項の数8 O L (全 9 頁)

(21)出願番号	特願平5-315199	(71)出願人	000004064 日本碍子株式会社 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号
(22)出願日	平成5年(1993)12月15日	(72)発明者	小谷 亘 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日 本碍子株式会社内
		(72)発明者	小野 芳朗 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日 本碍子株式会社内
		(72)発明者	熊澤 和彦 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日 本碍子株式会社内
		(74)代理人	弁理士 服部 雅紀

(54)【発明の名称】 多孔質セラミックハニカムフィルタ

(57)【要約】

【目的】 ディーゼルエンジンの排ガス中に含まれる微粒子を除去するのに好適な、捕集時間が長く、再生回数が少なくて足りる多孔質セラミックハニカムフィルタを提供する。

【構成】 多孔質セラミックハニカムフィルタの気孔率が45%以上60%以下であり、その表面から内部に向かって開口および貫通する全細孔の比表面積 ( $Mm^2 / g$ ) と、そのフィルタ表面における表面粗さ ( $N\mu m$ ) との関係が  $1000M + 85N \geq 530$  の範囲に有る。このフィルタの流路方向の40~800℃の熱膨張係数は  $0.5 \times 10^{-6} / ^\circ C$  より小さくする。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 固相および気相からなる混合相を気相と固相に分離するために用いる多孔質セラミックハニカムフィルタにおいて、その気孔率が45%以上60%以下でありその表面から内部に向かって開口および貫通する全細孔の比表面積 ( $Mm^2/g$ ) と、そのフィルタ表面における表面粗さ ( $N\mu m$ ) との関係が  $1000M+85N \geq 530$  の範囲に有ることを特徴とする多孔質セラミックハニカムフィルタ。

【請求項2】 請求項1で示す多孔質セラミックフィルタにおいて、その流路方向の40～800℃の熱膨張係数が  $0.5 \times 10^{-6}/^{\circ}C$  より小さいことを特徴とする多孔質セラミックハニカムフィルタ。

【請求項3】 請求項1で示す多孔質セラミックハニカムフィルタにおいて、その表面に開口する細孔の数が1000個/ $mm^2$  以上であることを特徴とする多孔質セラミックハニカムフィルタ。

【請求項4】 請求項1で示す多孔質セラミックハニカムフィルタにおいて、その表面に開口する細孔の面積がフィルタ表面の面積の15%以上であることを特徴とする多孔質セラミックハニカムフィルタ。

【請求項5】 請求項1で示す多孔質セラミックハニカムフィルタにおいて、その平均細孔径が40 $\mu m$ 以下であることを特徴とする多孔質セラミックハニカムフィルタ。

【請求項6】 請求項1で示す多孔質セラミックハニカムフィルタにおいて、その孔径100 $\mu m$ 以上の細孔容積が全細孔容積の10%以下であることを特徴とする多孔質セラミックハニカムフィルタ。

【請求項7】 請求項1で示す多孔質セラミックハニカムフィルタにおいて、その孔径40 $\mu m$ 以下の細孔容積が全細孔容積の60%以上であることを特徴とする多孔質セラミックハニカムフィルタ。

【請求項8】 請求項1で示す多孔質セラミックハニカムフィルタにおいて、その材質がコーージェライト質であることを特徴とする多孔質セラミックハニカムフィルタ。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、ディーゼルエンジンの排ガス中に含まれる微粒子（スート）を除去するのに好適な、多孔質セラミックフィルタとその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 コーージェライトからなる多孔質セラミックハニカムフィルタは他の材料に比べて耐熱性に優れ、特に高温で使用されるフィルタとして有効である。例えば、ディーゼルエンジンを搭載する車両の排ガス中に存在する微粒子を捕集するフィルタとして使用されている。

【0003】 多孔質セラミックハニカムフィルタの特性に関して重要とされているものに微粒子（スート）の捕集効率、捕集時間および圧力損失の3つがある。中でも捕集時間は一定圧力損失以下でスートを捕集できる時間であり長い方が好ましい。捕集時間を延長することが望ましいのは、燃焼によりフィルタを再生させる回数が減りフィルタの劣化を抑えることができるためである。

【0004】 フィルタを形成する壁体到大気孔を数多く開けて圧力損失を低下させることにより捕集時間を延長させることは容易なことであるが、フィルタの壁体に多過ぎる大気孔を開けることは捕集効率が低下するため好ましくない。この捕集性能を改善させるために、特開昭61-129015号公報にはフィルタ表面に開口する細孔に関してその孔径が5～40 $\mu m$ の小孔と40～100 $\mu m$ の大孔の比を5～40倍に制御する技術が開示されている。しかしながら、この技術では表面細孔を制御するために発砲剤を添加する必要があるためコスト高になるだけでなく、圧力損失の上昇を抑えるような改善が行われていないため、エンジンに対する負荷が大きくなる。

【0005】 また特開平3-28413号公報にはコーージェライト化原料中のタルク、シリカの粒度を150 $\mu m$ 以上の粒子が重量%で全体の3%以下かつ45 $\mu m$ 以下の粒子が重量%で全体の25%以下とすることにより、細孔制御を行い捕集性能を改善する技術が開示されている。しかしながらこの技術では、捕集性能を改善するためにタルク、シリカのみならず他の主原料であるカオリン、アルミナも粗粒な原料を使用していた。粒度の粗いカオリン、アルミナ原料を使用した上で、タルク、シリカ原料の粒度分布を制御することにより捕集性能（捕集時間）を改良することは可能であった。しかし、カオリン、アルミナも粗粒な原料を使用しているため焼成過程におけるコーージェライト形成時における反応性が悪くなりハニカム構造体の熱膨張係数が高くなるという欠点があった。

【0006】 さらに特開昭58-70814号公報にはフィルタ隔壁に吹抜孔を形成することにより圧力損失を抑え捕集時間を長くするという技術が開示されているが、この技術では確かに捕集時間は長くなるが捕集効率が著しく低下するのであった。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】 このような従来の多孔質セラミックハニカムフィルタでは、高い捕集効率を得ようすると、スート捕集による圧力損失の上昇が早く起こる。すなわち、圧力損失を実用レベル以下に保ったままフィルタを使用できる時間（捕集時間）が短くなる。そのため、ディーゼルエンジンを搭載する車両の排ガス系統にこのようなフィルタを取りつける場合、フィルタを1日1回再生する条件下でこのようなフィルタを使用することは困難であった。またフィルタの再生回数

が増加することにより、フィルタの劣化、溶損が部分的に起こりフィルタとしての性能を著しく低下させることになる。

【0008】本発明の目的は、捕集時間が長く、再生回数が少なく足りる多孔質セラミックハニカムフィルタを提供することにある。また、本発明の別の目的は、高温使用下における耐熱衝撃性（熱膨張率に依存）および捕集性能の二つの特性を同時に改善するようにした多孔質セラミックフィルタを提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するために、本発明のセラミックハニカムフィルタは、

①固相および気相からなる混合相を気相と固相に分離するために用いる多孔質セラミックハニカムフィルタにおいて、その気孔率が45%以上60%以下でありその表面から内部に向かって開口および貫通する全細孔の比表面積（ $Mm^2/g$ ）（以下、細孔比表面積と呼ぶ）と、そのフィルタ表面における表面粗さ（ $N\mu m$ ）の関係が  $1000M+85N \geq 530$  の範囲に有ることを特徴とする。

【0010】②上記の多孔質セラミックフィルタにおいて、その流路方向の40～800℃の熱膨張係数が  $0.5 \times 10^{-6}/^{\circ}C$  より小さいことを特徴とする。

③上記の多孔質セラミックハニカムフィルタにおいて、その表面に開口する細孔の数が  $1000個/mm^2$  以上であることを特徴とする。

④上記の多孔質セラミックハニカムフィルタにおいて、その表面に開口する細孔の面積がフィルタ表面の面積の15%以上であることを特徴とする。

【0011】⑤上記の多孔質セラミックハニカムフィルタにおいて、その平均細孔径が  $40\mu m$  以下であることを特徴とする。

⑥上記の多孔質セラミックハニカムフィルタにおいて、その孔径  $100\mu m$  以上の細孔容積が全細孔容積の10%以下であることを特徴とする。

⑦上記の多孔質セラミックハニカムフィルタにおいて、その孔径  $40\mu m$  以下の細孔容積が全細孔容積の60%以上であることを特徴とする。

【0012】⑧上記の多孔質セラミックハニカムフィルタにおいて、その材質がコーゼライト質であることを特徴とする。多孔質セラミックフィルタの捕集効率を90%以上に維持しながら捕集時間を従来技術によるフィルタよりも延長することにより実車における使用の条件を満足するフィルタを得ることが出来る。その具体的な方法として、捕集時間を延長するためにセラミックフィルタ表面にスートを捕集する面積（以下有効フィルタ面積と呼ぶ）とフィルタ表面から内部に圧力損失の上昇を抑制する連鎖し貫通した細孔の数を増加させた多孔質セラミックフィルタが有効であることを見出した。

【0013】具体的には種々の実験の結果、従来技術に

より作成されたフィルタの1.5倍の捕集時間を得ようとする表面から内部に向かって開口および貫通する全細孔の比表面積（ $M$ ）とフィルタ表面の表面粗さ（ $N$ ）との間に  $1000M+85N \geq 530$  の関係を満たすことが必要であると見出した。フィルタ内部の連鎖孔の増加は、その表面および内部に存在する細孔の細孔比表面積の増加により得られる。即ち、同じ細孔容積である時その表面積が増加するということは細孔の数が増加することになる。そして孔の数が増加することで細孔どうしの接触する確率が高くなり連鎖性もそれに伴い良くなる。フィルタ内に存在する細孔の細孔表面積を増加させるためには、タルク原料を微粒にし小孔を数多く開けることが有効である。

10

20

【0014】一方、ディーゼルエンジンから排出されるスートはフィルタの表面で捕集されるというメカニズムから有効フィルタ面積の増加はフィルタ表面の捕集面積の増加であると考えられる。有効フィルタ面積を増加させるためには表面粗さを粗くし捕集面積を増加させることが有効である。フィルタ表面の表面粗さを粗くするにはシリカ原料を粗粒にすることが有効である。

30

【0015】フィルタにおける細孔比表面積、表面粗さを単独で増加させることでも捕集性能を改善することは可能であるが、細孔比表面積（ $M$ ）とフィルタ表面の表面粗さ（ $N$ ）との間に  $1000M+85N \geq 530$  の関係を満たしながら  $M$  と  $N$  の両方ともを増加させる事が更に良い改善になる。細孔形成原料としては、特に細孔形成の寄与度の大きいものとしてタルクおよびシリカが考えられる。この二つの原料の平均粒子径が（ $2 \times$ シリカの平均粒子径） $\geq$ （タルクの平均粒子径）の関係を満たし、タルクの平均粒子径が  $40\mu m$  以下シリカの平均粒子径が  $80\mu m$  以下である原料系を使用することで  $1000M+85N \geq 530$  の関係を満足し捕集時間を延長することが可能になった。

【0016】タルクとシリカの粒度の組み合わせとしては、図1に示すように次のような一般的なケースが考えられる。ケース1の場合、タルクとシリカの粒度が両方とも細かいので両原料とも粒子形状の効果が現れず原料が均一に分散するため、多くの小孔が満遍なく存在する事になり連鎖する細孔が増加し細孔比表面積（ $M$ ）は増える結果となるが、しかし粒子が細かいため表面粗さ（ $N$ ）の増加は望めない。

40

【0017】ケース2の場合、タルクは粒度が細かいので粒子形状の効果が現れず均一に分散している。またシリカは粗いが粒子自体が球状であるために粗いが故に受ける形状の効果（粗い粒子がリブの中央付近に集まる）が現れ難く、これも均一に分散している。故に、表面に位置する粗いシリカが表面粗さ（ $N$ ）を増加し、また細かいタルクが全体的に小孔を増加させ細孔比表面積（ $M$ ）をも増加させる事になり最も良好である。

50

【0018】ケース3の場合、シリカ原料は細かいので

均一に分散する。しかし、タルク原料は粗くて層状であるために粒子形状の効果が現れやすくリブ中心部分に集まりやすい。故に、フィルタ表面に粗い粒子が集まり難く表面粗さ(N)の増加が望めない。また、フィルタ中心部にも粗い粒子が多く存在し大孔が生じる事になるために細孔比表面積(M)も少なくなりそれに伴い細孔の連鎖性も悪くなる。

【0019】ケース4の場合、タルク、シリカ原料とも粗いためタルクはリブ中心に集まり、シリカは全体的に均一に分散することになる。従って、フィルタ表面に存在する粗いシリカ粒子によって表面粗さ(N)は増加するものの全体的に粒子が粗いため大孔しか生じず細孔比表面積(M)は少なくなりそれに伴い連鎖性については悪くなる。

【0020】

【作用および発明の効果】本発明によれば、セラミックフィルタの有効フィルタ面積とフィルタ表面から内部への連鎖し貫通した細孔の数を増加させることにより、従来技術よりも捕集時間が長く、再生回数の少ないハニカムフィルタが得られる。

【0021】

【実施例】以下、本発明の実施例について述べる。本発明による多孔質セラミックフィルタは、例えば以下のようにして製造する。まず、コーゼライト理論組成点を中心とした $\text{SiO}_2$ :42~56重量%、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ :42~56重量%、 $\text{MgO}$ :12~16重量%の領域となるようにタルク、カオリン、アルミナ、シリカ、およびその他のコーゼライト化原料を調合し、この混合物

にグラファイト等の造孔剤を0~50重量%加え、さらにメチルセルローズ、界面活性剤等の成形助剤、水、アルコール等の溶媒を加えて混合混練し、押し出し成形によってハニカム構造体とする。このハニカム構造体をコーゼライト化反応が十分進行し得る温度で焼成した後、貫通孔の一方端と他方端とを交互に閉塞(千鳥目封じ止め)し、所定のセラミックフィルタを得る。

【0022】本発明の実施例をさらに具体例を挙げて説明する。本発明の例証試料として表1に示すような種々の粒度のコーゼライト化原料を準備した。これらを混練混合し、リブ厚:0.45mm、サイズ:118φmm×152Lmmに成形してセラミックフィルタとした。これらのセラミックフィルタについて、水銀圧入法により気孔率、細孔分布、および細孔比表面積の測定を行った。また、接触法により表面粗さの測定を行った。表面開口細孔については画像処理装置を用いて解析を行った。さらに、フィルタ特性として捕集効率、圧力損失の測定を行った。

【0023】その結果を表1および表2に示す。表1中、試料番号1~8を比較例、9~17を本発明の実施例とした。表1中の試料番号1~17の特性を表2に示す。表2中の捕集時間の測定は、圧力損失の値が $1.6 \times 10^3 \text{ mmHg}$ に上昇するまでの時間を測定して行った。圧力損失の測定結果を図2に示す。なお、試料番号3および4については捕集効率が低いため、図示されていない。

【0024】

【表1】

試料 番号	タルク 平均 粒子径 ( $\mu\text{m}$ )	シリカ 平均 粒子径 ( $\mu\text{m}$ )	カオリン 平均 粒子径 ( $\mu\text{m}$ )	アルミナ 平均 粒子径 ( $\mu\text{m}$ )	タルク 平均粒子径 ／シリカ 平均粒子径	グラファイト 添加量 (%)	
1	28	15	9	2	1.87	20	比 較 例
2	55	30	9	2	1.83	20	
3	60.0	85.0	8.5	5.5	0.75	20	
4	22.3	100.0	3.3	1.8	2.23	20	
5	30.0	使用せず	8.5	5.5	—	20	
6	80.0	19.8	3.3	1.8	4.04	20	
7	22.3	6.0	3.3	1.8	3.72	20	
8	11.3	5.0	3.3	1.8	2.26	25	
9	40.0	20.0	3.3	1.8	2.00	30	実 施 例
10	40.0	31.0	3.3	1.8	1.29	10	
11	22.3	19.8	3.3	1.8	1.13	15	
12	22.3	19.8	3.3	1.8	1.13	20	
13	10.0	40.0	3.3	1.8	0.25	20	
14	40.0	40.0	4.5	1.8	1.00	20	
15	10.9	19.8	3.3	1.8	0.55	25	
16	3.8	19.8	3.3	1.8	0.19	30	
17	3.8	6.0	3.3	1.8	0.63	30	

試料番号	細孔比表面積 ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	表面粗さ ( $\mu\text{m}$ )	気孔率 (%)	熱膨張係数 ( $\times 10^{-6}/^\circ\text{C}$ )	1000M+85N 値	細孔容積		平均細孔径 ( $\mu\text{m}$ )	表面開口細孔		捕集 効率 (%)	捕集 時間 (分)
						$\leq 40\mu\text{m}$ (%)	$\geq 100\mu\text{m}$ (%)		総数 (個/ $\text{mm}^2$ )	面積率 (%)		
1	—	—	52	0.51	—	—	3.0	—	—	—	98	6
2	—	—	60	0.58	—	—	3.2	—	—	—	95	25
3	0.06	7.1	53	0.93	664	54.8	11.2	42.1	700	18.3	54.0	>50
4	0.10	6.8	56	0.41	678	52.1	12.4	20.0	1000	16.3	61.0	>50
5	0.07	3.8	49	0.56	393	89.4	3.1	14.1	2200	15.0	95.0	10.0
6	0.11	4.2	53	0.44	467	58.9	9.0	33.8	1100	16.3	90.0	10.7
7	0.19	3.7	51	0.28	505	93.8	2.3	10.9	2100	17.1	97.3	13.0
8	0.26	3.1	49	0.19	523	91.0	2.8	19.2	3800	17.0	94.3	14.9
9	0.14	4.6	54	0.29	531	62.0	5.9	34.0	1000	15.8	90.3	15.0
10	0.15	7.4	45	0.33	779	73.7	5.7	24.6	900	11.1	90.5	20.9
11	0.10	5.1	46	0.08	534	89.7	3.0	15.0	1400	17.4	97.6	15.1
12	0.17	5.2	52	0.10	612	91.1	2.9	14.8	1800	16.1	99.0	21.5
13	0.22	6.5	55	0.23	773	86.2	3.5	18.3	2400	15.7	90.1	35.1
14	0.09	6.9	55	0.46	577	60.4	7.5	34.6	1200	15.2	90.2	28.5
15	0.35	3.8	53	0.08	573	96.1	1.8	6.9	4100	18.3	97.6	29.6
16	0.29	4.3	50	0.01	656	90.8	3.0	9.9	4500	16.1	96.7	28.1
17	0.40	2.3	47	0.01	596	97.1	0.9	5.1	5600	15.8	98.6	19.9

比較例

実施例

【0026】表2中の試料番号1、2の比較例からわかるように、タルク、シリカの平均粒子径を大きくすることにより捕集時間の向上はある程度可能であった。しかし、カオリン、アルミナも粗粒な粒子を用いているためにいずれも熱膨張率が $0.5 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$ 以上と大きく

なっている。一方、表2中の試料番号3、4のように、圧力損失を低下させるためタルク、シリカ等の粒度を過度に大きくした場合、孔径： $100\mu\text{m}$ 以上の気孔が増加して大幅に捕集効率が低下するため実使用において利用範囲が限定される。以上より、捕集効率維持の観点か

ら孔径：100  $\mu\text{m}$ 以上の気孔の割合を10%以下に抑えるため、特に使用シリカ粒度を80  $\mu\text{m}$ 以下にすることが好ましい。

【0027】表2中の試料番号5～17の捕集時間を、細孔比表面積（M： $\text{m}^2/\text{g}$ ）と表面粗さ（N： $\mu\text{m}$ ）とに対してプロットした結果を図3に示す。白丸は試料番号5～8を、黒丸は試料番号9～17を示す。また、データの横の数字は試料番号を、カッコ内の数字は捕集時間（分）を示す。図より明らかなように、捕集時間は細孔比表面積（M）と表面粗さ（N）とに強く依存する。試料番号5に比較例として示したシリカ不使用の従来品に対して最低1.5倍の捕集時間が実使用において必要なことから、試料番号8、9、および11（捕集時間が従来品の1.5倍付近）より1000M+85N $\geq$ 530なる関係を得、この関係を満たす細孔比表面積（M）と表面粗さ（N）とを有するフィルタが捕集時間において優れたものであることが判明した。表2中の試料番号9～17に示すように、一般的に1000M+85Nの値が大きいほど長い捕集時間が得られる。

【0028】一方、試料番号10のように表面開口細孔の数が1000個/ $\text{mm}^2$ 未満になると捕集面における通気性が減少し、1000M+85Nの値が同レベルのもの（試料番号13）に対して捕集時間が短縮する。また、試料番号14のように40  $\mu\text{m}$ 以下の小孔の割合が60%と低くなると、1000M+85Nの値が同レベルのもの（試料番号15）に対して捕集時間が短縮する。以上のように、40  $\mu\text{m}$ 以下の小孔が多く、表面開口細孔の数（または面積率）がより多いほど捕集時間延長においては好ましい。

【0029】1000M+85N $\geq$ 530なる関係を満たす特性を有するフィルタの製造方法は以下の通りである。使用原料のうちタルクとシリカによって細孔比表面積（M）と表面粗さ（N）の制御が可能であり、特に使用シリカ粒度に対してその2倍以下の粒度のタルクを使用することにより目的とするフィルタが得られる。

【0030】表2中の試料番号17のようにタルク粒度、シリカ粒度ともに小さい場合、小孔の数が増加して連鎖性がよくなるため細孔比表面積（M）の値が大きく改善され、捕集時間の延長が達成できる。表2中の試料番号14のようにタルク粒度、シリカ粒度ともに比較的大きい場合、粒度の大きなシリカによる大きな表面開口気孔形成により表面粗さ（N）の値が大きく改善され、捕集時間の延長が達成できる。

【0031】表2中の試料番号13のようにタルク粒度を小さくシリカ粒度を大きくした場合、粒度の小さいタルクがリブ内に満遍なく分散することで連鎖性がよくなることで細孔比表面積（M）の値が大きく改善されると

同時に、粒度の大きなシリカの大きな表面開口気孔形成により表面粗さ（N）の値が大きく改善され、捕集時間が大きく延長できる。

【0032】表2中の試料番号6、7および8のようにタルク粒度がシリカ粒度の2倍より大きくなる場合、特にタルク粒度をより大きくシリカ粒度をより小さくした場合、タルクは層状であり、粒度が大きいと押し出し成形のためリブ内部に集まることで閉塞した大孔が増し、連鎖性が悪くなることで細孔比表面積（M）の値が低下すると同時に、粒度の小さなシリカは大きな表面開口気孔を形成できないため表面粗さ（N）の値も低下する。このため、捕集時間の延長効果が薄い。特にタルクについては、粒度を40  $\mu\text{m}$ 以下にすることで表面細孔に比して内部閉塞孔を減少することができる。

【0033】以上のように、使用シリカ粒度に対してその2倍以下の粒度のタルクを使用することにより、1000M+85N $\geq$ 530なる関係を満たす細孔比表面積（M）と表面粗さ（N）を有するフィルタが得られ、これが捕集時間が従来の1.5倍以上という優れたフィルタである。また、フィルタの低熱膨張率は耐熱衝撃性を向上させるために重要である。フィルタの熱膨張率が過度に大きいと、フィルタ再生時に微粒子燃焼によるフィルタ内の温度差によりクラック発生などの問題が引き起こされ、フィルタの寿命を短縮することになるためである。

【0034】本発明では、できるだけ微粒なカオリン、アルミナ原料を使用することにより、コージュライト形成時における反応性を良くし熱膨張係数を低くした。具体的には、表1に示すように製造時に使用する原料のうちカオリン：5  $\mu\text{m}$ 以下、アルミナ：2  $\mu\text{m}$ 以下とすることにより、表2に示すようにその熱膨張率を0.5 $\times$ 10 $^{-6}$ / $^{\circ}\text{C}$ 以下にすることができた。またカオリン、アルミナ原料を微粒にすることにより若干ではあるがフィルタ隔壁内に小孔を開けることになりフィルタの細孔の連通性も改善することになる。更にその上でタルク、シリカの原料粒度を調整し捕集性能（捕集時間）を改善した。

【0035】また、気孔率（45%）を確保するために造孔剤をある程度の量使用することが望ましい。

【図面の簡単な説明】

【図1】タルクとシリカの粒度が細孔比表面積とフィルタの表面粗さに及ぼす効果を示した説明図である。

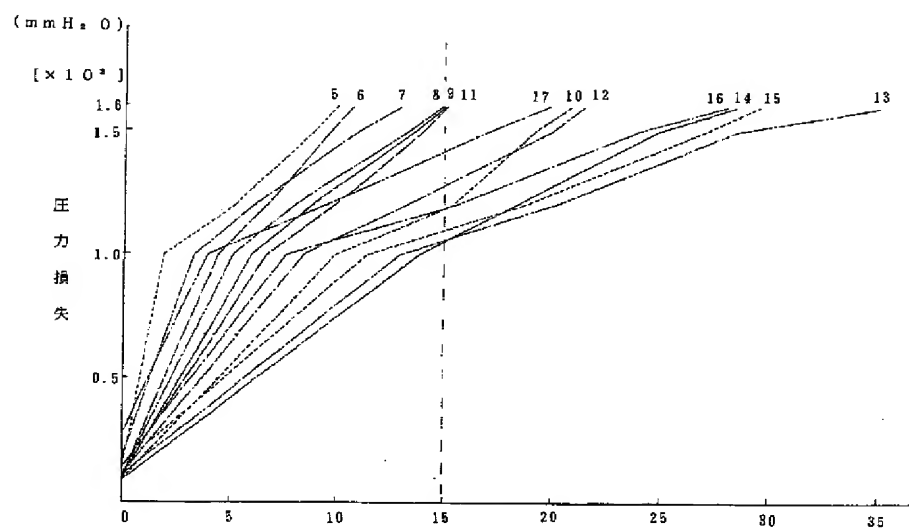
【図2】スート捕集による圧力損失の上昇を測定時間に対してプロットした図である。

【図3】捕集時間の測定結果を細孔比表面積およびフィルタの表面粗さに対してプロットした図である。

【図1】

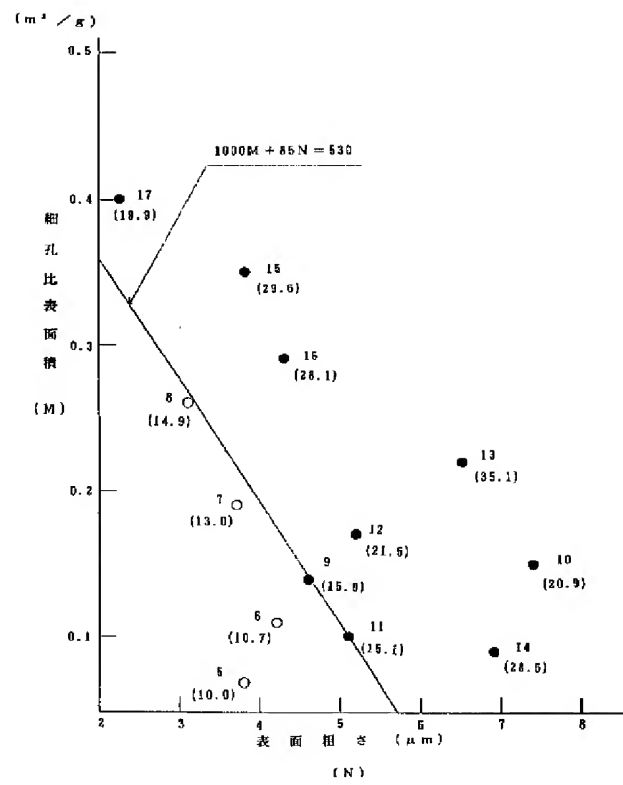
	タルク 粒度	シリカ 粒度	押出成型品内の タルク (○)、シリカ (△) 原料分散状態	細孔比 表面積 (M)	表面 粗さ (N)
ケース1	細かい	細かい		○	×
ケース2	細かい	粗い		○	○
ケース3	粗い	細かい		×	×
ケース4	粗い	粗い		×	○

【図2】





【図3】



【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載  
 【部門区分】第2部門第1区分  
 【発行日】平成8年（1996）12月10日

【公開番号】特開平 7-163823  
 【公開日】平成7年（1995）6月27日  
 【年通号数】公開特許公報 7-1639  
 【出願番号】特願平 5-315199  
 【国際特許分類第6版】

B01D 39/20  
 46/00 302

【F I】

B01D 39/20 D 9441-4D  
 46/00 302 9441-4D

【手続補正書】

【提出日】平成7年11月20日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】 固相および気相からなる混合相を気相と固相に分離するために用いる多孔質セラミックハニカムフィルタにおいて、その気孔率が45%以上60%以下であり、その孔径100 $\mu$ m以上の細孔容積が全細孔容積の10%以下であり、その表面から内部に向かって開口および貫通する全細孔の比表面積（ $Mm^2/g$ ）と、そのフィルタ表面における表面粗さ（ $N\mu m$ ）との関係が $1000M+85N \geq 530$ の範囲に有ることを特徴とする多孔質セラミックハニカムフィルタ。

【請求項2】 請求項1で示す多孔質セラミックフィルタにおいて、その流路方向の40～800℃の熱膨張係数が $0.5 \times 10^{-6}/^{\circ}C$ より小さいことを特徴とする多孔質セラミックハニカムフィルタ。

【請求項3】 請求項1で示す多孔質セラミックハニカムフィルタにおいて、その表面に開口する細孔の数が1000個/ $mm^2$ 以上であることを特徴とする多孔質セラミックハニカムフィルタ。

【請求項4】 請求項1で示す多孔質セラミックハニカムフィルタにおいて、その表面に開口する細孔の面積がフィルタ表面の面積の15%以上であることを特徴とする多孔質セラミックハニカムフィルタ。

【請求項5】 請求項1で示す多孔質セラミックハニカムフィルタにおいて、その平均細孔径が40 $\mu$ m以下であることを特徴とする多孔質セラミックハニカムフィルタ。

【請求項6】 請求項1で示す多孔質セラミックハニカムフィルタにおいて、その孔径40 $\mu$ m以下の細孔容積

が全細孔容積の60%以上であることを特徴とする多孔質セラミックハニカムフィルタ。

【請求項7】 請求項1で示す多孔質セラミックハニカムフィルタにおいて、その材質がコーゼライト質であることを特徴とする多孔質セラミックハニカムフィルタ。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0005

【補正方法】変更

【補正内容】

【0005】また特開平3-284313号公報にはコーゼライト化原料中のタルク、シリカの粒度を150 $\mu$ m以上の粒子が重量%で全体の3%以下かつ45 $\mu$ m以下の粒子が重量%で全体の25%以下とすることにより、細孔制御を行い捕集性能を改善する技術が開示されている。しかしながらこの技術では、捕集性能を改善するためにタルク、シリカのみならず他の主原料であるカオリン、アルミナも粗粒な原料を使用していた。粒度の粗いカオリン、アルミナ原料を使用した上で、タルク、シリカ原料の粒度分布を制御することにより捕集性能（捕集時間）を改良することは可能であった。しかし、カオリン、アルミナも粗粒な原料を使用しているため焼成過程におけるコーゼライト形成時における反応性が悪くなりハニカム構造体の熱膨張係数が高くなるという欠点があった。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0009

【補正方法】変更

【補正内容】

【0009】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するために、本発明のセラミックハニカムフィルタは、①固相お

よび気相からなる混合相を気相と固相に分離するために用いる多孔質セラミックハニカムフィルタにおいて、その気孔率が45%以上60%以下であり、その孔径100 $\mu$ m以上の細孔容積が全細孔容積の10%以下であり、その表面から内部に向かって開口および貫通する全細孔の比表面積 ( $Mm^2/g$ ) (以下、細孔比表面積と呼ぶ) と、そのフィルタ表面における表面粗さ ( $N\mu m$ ) の関係が  $1000M + 85N \geq 530$  の範囲に有ることを特徴とする。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0021

【補正方法】変更

【補正内容】

【0021】

【実施例】以下、本発明の実施例について述べる。本発明による多孔質セラミックフィルタは、例えば以下のようにして製造する。まず、コーゼライト理論組成点を中心とした  $SiO_2$  : 42~56重量%、 $Al_2O_3$  : 30~45重量%、 $MgO$  : 12~16重量%の領域となるようにタルク、カオリン、アルミナ、シリカ、およびその他のコーゼライト化原料を調合し、この混合物にグラファイト等の造孔剤を0~50重量%加え、さらにメチルセルローズ、界面活性剤等の成形助剤、水、アルコール等の溶媒を加えて混合混練し、押し出し成形によってハニカム構造体とする。このハニカム構造体をコーゼライト化反応が十分進行し得る温度で焼成した後、貫通孔の一方端と他方端とを交互に閉塞（千鳥目封じ止め）し、所定のセラミックフィルタを得る。